

(19) BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

(12) **Offenlegungsschrift**

(11) **DE 38 16 078 A1**

(51) Int. Cl. 4:

B 07 B 1/46

B 29 C 71/04

C 08 L 79/08

// (C08J 5/18,
C08L 79/08)C08J 7/0
0

(21) Aktenzeichen: P 38 16 078.1

(22) Anmeldetag: 11. 5. 88

(43) Offenlegungstag: 23. 11. 89

Behördenamt

DE 38 16 078 A1

(71) **Anmelder:**

Brandt, Reinhard, Prof. Dr.; Vater, Peter, Dr.; Zhu,
Tian-Cheng, Dr., 3550 Marburg, DE; Spohr, Reimar,
Dr.; Vetter, Johann, Dr., 6100 Darmstadt, DE

(72) **Erfinder:**

gleich Anmelder

(54) **Verfahren zur Herstellung hitzebeständiger und chemikalienresistenter feinstporiger Mikrosiebe (Lichgrößen d > 10 nano-m) aus der Polyimid-Folie »Kapton« (Handelsname von Du Pont)**

Durch Schwerionenbeschuß einer hitze- und chemikalienbeständigen Plastikfolie aus Polyimid (Handelsname »Kapton« und Du Pont) mit anschließender Ätzung werden Mikrosiebe hergestellt. Diese Mikrosiebe sind typische Kernspurfilter mit wohldefinierten Löchern. Die Lochgröße kann beliebig zwischen 10 nano-m und 50 µm gewählt werden, die Lochgröße hängt von den Ätzbedingungen, insbesondere dem Ätzmedium, sowie der Ätztemperatur ab. Diese Kernspurfilter aus Polyimid sollen im Umweltschutz unter extremen Bedingungen sehr nützlich sein, ebenso aber auch zur Feinstreinigung sowohl von Gasen, als auch von Flüssigkeiten.

DE 38 16 078 A1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines folienförmigen Mikrosiebes aus Polyimid (Handelsname "Kapton" von Du Pont), das eine Vielzahl von Löchern aufweist, deren Radien im Bereich zwischen 10 nano-m und 50 mikro-m jeweils annähernd gleich groß sind, wobei zur Erzeugung der Löcher die Polyimidfolie zunächst mit Strahlungspartikeln beschossen und anschließend einem Ätzmedium ausgesetzt wird.

Ein solches Verfahren ist als "Particle-Track-Etching-Verfahren" beispielsweise aus "Science, Vol. 178 (1982), Seiten 255 bis 263" bekannt. Bei diesem bekannten Verfahren werden als Strahlungspartikel Spaltprodukte eingesetzt.

Mit Spaltprodukten lassen sich jedoch nur Folien bis max. 10 µm Dicke perforieren. Dieses Verfahren wurde bisher für die Herstellung von nicht hitzebeständigen sowie nicht chemikalienresistenten Kunststoffmembranen (Mikrosiebe) angewendet. Solche aus nicht sehr stabilen Kunststofffolien hergestellten Mikrosiebe sind kommerziell erhältlich. Ihre Löcher haben einen definierten Radius zwischen 0.1 und 7 µm und sind durch Beschuß mit Spaltprodukten einer Massenzahl ≥ 30 u ("u" ist die atomare Masseneinheit) und anschließende Ätzung mit einer Lauge eingebracht worden.

Diese bekannten, aus Kunststoffen bestehenden Mikrosiebe weisen jedoch nur eine äußerst begrenzte Beständigkeit gegenüber Säuren, Laugen und hohen Temperaturen auf.

Es ist daher wünschenswert, mechanisch stabile und gegen Säure-, Laugen- und Temperatureinwirkung resisteante Mikrosiebe zur Verfügung zu haben.

Es wurde auch bereits vorgeschlagen, Membranen (Mikrosiebe) aus einem nicht leitenden Material, z.B. einem Dielektrikum, herzustellen, indem zunächst durch Laser- bzw. Elektronen- oder Ionenstrahlen in die Folien Löcher in einheitlichen Abständen gebohrt werden und danach diese Löcher durch Beschichtung auf die gewünschte Porengröße verkleinert werden (DE-OS 26 58 405).

Demgegenüber besteht die Aufgabe der vorliegenden Erfindung darin, das eingangs benannte "Particle-Track-Etching-Verfahren" so zu verbessern, daß auch mit diesem relativ einfachen Verfahren Mikrosiebe mit den gewünschten thermischen und chemischen Eigenschaften herstellbar sind.

Sodann wurde vorgeschlagen, Folien aus anorganischem Material, insbesondere Glimmer, zu verwenden. Diese Aufgabe wird durch die folgenden Merkmale des alten Patentanspruchs (DE 27 08 641) gelöst: (Zitat)

"Durch Verwendung von Schwerionen, wie sie im Kennzeichen definiert sind, anstelle von Spaltprodukten, ist das "Particle-Track-Etching-Verfahren" auch auf Glimmerfolien bis zu 100 µ, anwendbar. Die Ionen der erforderlichen Masse und Energie werden in Schwerionenbeschleunigern erzeugt.

Ein geeignetes Ätzmedium für Glimmerfolien ist Flußsäure.

Die Größe der Löcher hängt im wesentlichen von der Wahl des Ätzmediums und von der Dauer der Exposition ab.

Die hergestellten Mikrosiebe aus Glimmer werden auch von aggressiven Ätzmedien nicht angegriffen und können vor allem auch erhöhten Temperaturen bis ungefähr 700°C ohne Formveränderung oder Rißbildung standhalten".

(Zitatende)

Die bisher hergestellten folienförmigen Mikrosiebe aus Glimmer haben jedoch einen entscheidenden Nachteil: Sie sind mechanisch nicht stabil, sondern leicht zerbrechlich. Sie konnten sich bisher in der Technik nur in sehr begrenztem Umfang durchsetzen.

Deshalb wird in diesem Patent als Ausgangsmaterial die hitzebeständige und chemikalienresistente Kunststoffolie Polyimid eingesetzt.

Durch Folienstärken zwischen 5 µm bis 1000 µm kann je nach Anwendungssart eine hinreichende mechanische Stabilität erreicht werden.

Durch die Verwendung von Schwerionen, wie sie im Kennzeichen definiert sind, anstelle von Spaltprodukten, ist das "Particle-Track-Etching-Verfahren" auch auf Polyimid-Kunststofffolien bis zu 1000 µm anwendbar. Die Ionen der erforderlichen Masse und Energie werden in Schwerionenbeschleunigern erzeugt.

Ein geeignetes Ätzmedium ist NaOC₁-Lösung (zwischen 1 - 50%, optimal sind 10% C₁), ein Oxidationsmittel. Die Temperatur sollte über 50°C liegen, um die Ätzdauer nicht zu sehr auszudehnen.

Die Größe der Löcher hängt im wesentlichen von der Wahl des Ätzmediums und von der Dauer des chemischen Ätzvorganges ab. Die erfindungsgemäß hergestellten Mikrosiebe aus Polyimid werden auch von vielen aggressiven Ätzmedien nicht angegriffen und können vor allem bei erhöhten Temperaturen bis ungefähr 300°C ohne Zersetzungerscheinungen eingesetzt werden.

Eine weitere Besonderheit dieser Erfindung ist die kontrollierte Herstellung extrem kleiner Löcher im Polyimid. Durch geeignetes kurzes Ätzen lassen sich konusförmige Löcher herstellen, die an ihrer dünnsten Stelle einen Durchmesser von $d > 10$ nano-m besitzen können. Ein Beispiel ist in der beiliegenden rasterelektronenmikroskopischen Aufnahme gegeben.

Patentanspruch

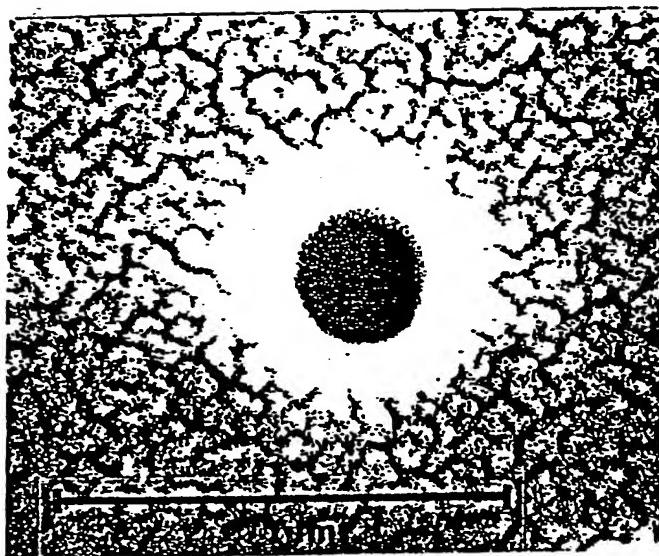
Verfahren zur Herstellung eines folienförmigen Mikrosiebes aus einer unter dem Namen KAPTON (Handelsname der Fa. Du Pont) erhältlichen Polyimid-Folie, das eine Vielzahl von Löchern aufweist, deren Radien im Bereich zwischen 10 nano-m und 50 mikro-m jeweils annähernd gleich groß sind, wobei zur Erzeugung der Löcher die Polyimidfolie zunächst mit Strahlungspartikeln beschossen und anschließend mit einem Ätzmedium behandelt wird, dadurch gekennzeichnet, daß als Strahlungspartikel Ionen mit einem Atomgewicht von mindestens 10 u ("u" ist die atomare Masseneinheit) und einer Energie zwischen 2 und 100 MeV/u eingesetzt werden.

- Leerseite -

Nummer: 38 16 078
Int. Cl.4: B 07 B 1/46
Anmeldetag: 11. Mai 1988
Offenlegungstag: 23. November 1989

3816078

5X



908 847/185